

BEST AVAILABLE COPY



BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

REC'D 26 NOV 2004

WIPO

PCT

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 05 NOV. 2004

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

DOCUMENT DE
PRIORITÉ

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS
CONFORMÉMENT À LA RÈGLE
17.1. a) OU b)

Martine PLANCHE

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIEGE
26 bis, rue de Saint-Petersbourg
75800 PARIS cedex 08
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23
www.inpi.fr



26 bis, rue de Saint Pétersbourg - 75800 Paris Cedex 08

Pour vous informer : INPI DIRECT

0 825 83 85 87

0,15 € TTC/min

Télécopie : 33 (0)1 53 04 52 65

Réservé à l'INPI

REMISE DES PIÈCES

DATE

31 JUL. 2003

LIEU

75 INPI PARIS

N° D'ENREGISTREMENT

0309474

NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI

DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE

31 JUL. 2003

PAR L'INPI

Vos références pour ce dossier

BFF 03P0138

(facultatif)

1er dépôt

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354*03

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

page 1/2

BR1

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 @ W / 030103

NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE
À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE

CABINET LAVOIX
2, Place d'Estienne d'Orves
75441 PARIS CEDEX 09

Confirmation d'un dépôt par télécopie

☐ N° attribué par l'INPI à la télécopie

NATURE DE LA DEMANDE

Cochez l'une des 4 cases suivantes

Demande de brevet

☒

Demande de certificat d'utilité

☐

Demande divisionnaire

☐

Demande de brevet initiale

N°

Date

ou demande de certificat d'utilité initiale

N°

Date

Transformation d'une demande de

☐

brevet européen Demande de brevet initiale

N°

Date

TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)

Procédé de fabrication d'un produit plat en alliage de zirconium, produit plat ainsi obtenu et élément d'un assemblage combustible pour réacteur de centrale nucléaire réalisé à partir de ce produit plat.

DÉCLARATION DE PRIORITÉ
OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE
LA DATE DE DÉPÔT D'UNE
DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE

Pays ou organisation

Date

N°

Pays ou organisation

Date

N°

Pays ou organisation

Date

N°

☐ S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»

DEMANDEUR (Cochez l'une des 2 cases)

☒ Personne morale ☐ Personne physique

Nom
ou dénomination sociale

COMPAGNIE EUROPEENNE DU ZIRCONIUM-CEZUS

Prénoms

Forme juridique

Société Anonyme

N° SIREN

071500763

Code APE-NAF

Domicile

Rue

ou
siège

Code postal et ville

92400 COURBEVOIE

Pays

FRANCE

Française

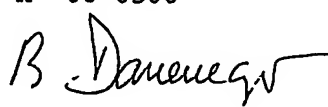
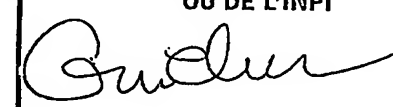
Nationalité

N° de téléphone (facultatif)

N° de télécopie (facultatif)

Adresse électronique (facultatif)

☐ Si plusieurs demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»

REMISE DES PIÈCES DATE 31 JUIL 2003 LIEU 75 INPI PARIS N° D'ENREGISTREMENT 0309474 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		Réservé à l'INPI	
6 MANDATAIRE (s'il y a lieu) Nom Prénom Cabinet ou Société N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel Adresse Rue Code postal et ville Pays N° de téléphone (facultatif) N° de télécopie (facultatif) Adresse électronique (facultatif)		CABINET LAVOIX 2 Place d'Estienne d'Orves 75441 PARIS CEDEX 09 FRANCE 01 53 20 14 20 01 48 74 54 56 brevets@cabinet-lavoix.com	
7 INVENTEUR (S) Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes		Les inventeurs sont nécessairement des personnes physiques <input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s)	
8 RAPPORT DE RECHERCHE Établissement immédiat ou établissement différé Paiement échelonné de la redevance (en deux versements)		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation) <input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> Uniquement pour les personnes physiques effectuant elles-mêmes leur propre dépôt <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non	
9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES		Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Obtenue antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence) : AG	
10 SÉQUENCES DE NUCLEOTIDES ET/OU D'ACIDES AMINÉS Le support électronique de données est joint La déclaration de conformité de la liste de séquences sur support papier avec le support électronique de données est jointe Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes		<input type="checkbox"/> Cochez la case si la description contient une liste de séquences <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	
11 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)		B. DOMENEGO n° 00-0500 	
		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI 	

L'invention concerne la fabrication de produits plats en alliage de zirconium, à partir desquels on fabrique notamment des pièces utilisées dans les assemblages combustibles pour réacteurs de centrales nucléaires à eau légère.

5 Les pièces entrant dans la constitution des assemblages combustibles pour réacteurs de centrales nucléaires à eau légère, notamment des réacteurs à eau bouillante, et qui doivent avoir une faible capacité d'absorption des neutrons, sont réalisées en un alliage de zirconium pouvant contenir également, entre autres, des éléments tels que Nb, Sn, Fe, Cr et Ni à
10 des teneurs significatives. Les classes d'alliages dits « Zircaloy 2 » et « Zircaloy 4 » sont principalement utilisées. Le Zircaloy 2 renferme les éléments suivants (les teneurs, comme dans toute la description qui va suivre, sont exprimées en % pondéraux) : Sn = 1,2 – 1,7% ; Fe = 0,07 – 0,20% ; Cr = 0,05 – 0,15% ; Ni = 0,03 – 0,08% ; O = 900 – 1600ppm. Le Zircaloy 4 renferme les mêmes
15 éléments à l'exception du nickel, et la teneur en Fe peut aller de 0,18% à 0,24%.

D'autres classes d'alliages de type Zircaloy 2 avec des teneurs en Fe et/ou Cr et/ou Ni plus élevées, ou d'autres alliages renfermant 0,5 à 2% de Sn, 0,5 à 2% de Nb et 0,1 à 0,5% de Fe, ou 0,5 à 2% de Sn, 0,1 à 1% de Fe et 0,1 à 1,2% de Cr, ou 1,5 à 3,5% de Nb et 0,5 à 2% de Sn peuvent être utilisées. Ces alliages
20 peuvent également renfermer d'autres éléments d'addition, en plus des impuretés habituelles.

Une pièce particulièrement importante du réacteur qui est réalisée avec de tels alliages est le boîtier dans lequel sont installés les tubes renfermant le combustible. Ce boîtier doit avoir une excellente résistance à la
25 corrosion, et aussi une grande stabilité dimensionnelle sous irradiation. Or, les alliages utilisés le plus usuellement pour former les tôles constituant ces boîtiers présentent des propriétés de croissance sous irradiation qui empêchent d'augmenter le taux de combustion du réacteur autant qu'il serait souhaitable. Cette croissance sous irradiation est directement liée à la texture habituellement
30 fortement anisotrope des produits plats à partir desquelles sont fabriqués les boîtiers.

D'autres pièces importantes formées à partir de tels produits plats sont les grilles de réacteurs à eau bouillante ou pressurisée, et les tubes centraux délimitant les chemins de circulation de l'eau.

Les produits plats (tôles ou feuillards) à partir desquels ces pièces sont réalisées doivent également posséder des propriétés mécaniques leur assurant une bonne capacité à être mises en forme.

Des propositions d'amélioration des procédés de fabrication de tôles pour boîtiers sont présentées dans les documents EP-A-0 835 330 et EP-A-0 795 618.

EP-A-0 835 330 propose de préparer la tôle à partir d'un alliage de zirconium contenant des teneurs strictement contrôlées en certaines impuretés volatiles, à savoir entre 0,5 et 10ppm de Cl, de 5 à 20ppm d'au moins un élément choisi parmi Mg, Ca, Na et K, de 100 à 270ppm de C, de 50 à 120ppm de Si et de 1 à 30ppm de P. Après les opérations habituelles d'obtention de la tôle de départ, qui comportent notamment une trempe β lorsque la tôle est à son épaisseur finale ou quasi-finale, on pratique après la trempe β un traitement thermique de recuit entre 600 et 800°C dans un four statique ou entre 700 et 800°C dans un four continu. Après quoi, les opérations de pliage de la tôle en vue de la fabrication du boîtier sont effectuées. Grâce notamment à la teneur des impuretés volatiles citées et aux conditions de la trempe β , on obtient après la trempe β une structure aciculaire du type dit « basket weave » (à motif en vannerie), que le traitement thermique ultérieur veille à ne pas supprimer. On obtient ainsi une tôle présentant une bonne ductilité et une faible propension à se fissurer lors des opérations de formage, sans que les propriétés de résistance à la corrosion soient détériorées.

EP-0 795 618 décrit des tôles en alliage de zirconium à faible croissance sous irradiation, contenant pas plus de 5% de Sn et et/ou pas plus de 5% de Nb et pas moins de 90% de Zr, ayant une orientation cristalline $\langle 0001 \rangle$ en sens long FL de 0,2 à 0,35, et ayant une différence ΔFL des valeurs de FL entre le milieu dans le sens de la largeur et l'extrémité dans le sens de la largeur de la tôle inférieure ou égale à 0,025. Ces tôles sont obtenues à la suite d'une trempe β , au cours de laquelle on minimise autant que possible les

différences de température entre les faces de la tôle lors de la phase de chauffage de la trempe β . Ces tôles ont donc des orientations cristallines particulières isotropes produisant des effets de croissance réduite sous irradiation.

5 Toutefois, il s'avère que ces procédés ne permettent pas de parvenir à des produits plats possédant d'excellentes propriétés de déformabilité, du point de vue du pliage et de l'emboutissage. Ces propriétés sont pourtant essentielles pour l'obtention aisée de boîtiers dans des conditions optimales.

10 Le but de l'invention est de proposer un procédé de fabrication de produits plats en alliage de zirconium présentant à la fois de bonnes propriétés mécaniques et une faible croissance sous irradiation, de sorte que ces produits plats puissent être utilisés de manière optimale notamment, mais pas exclusivement, pour la fabrication de boîtiers de réacteurs nucléaires à eau bouillante.

15 A cet effet, l'invention a pour objet un procédé de fabrication d'un produit plat en alliage de zirconium, caractérisé en ce que :

- on élabore et on coule un lingot d'alliage de zirconium contenant au moins 95% en poids de zirconium, comportant les éléments d'alliage et les impuretés habituels ;
- 20 - on met en forme ledit lingot pour obtenir un produit plat ;
- on soumet ledit produit plat à une opération de trempe β , dont les conditions sont déterminées en vue de l'obtention au sein du produit plat d'une structure aciculaire à l'issue de ladite trempe β ;
- on soumet ledit produit plat, après la trempe β , à une opération de
- 25 laminage effectuée en une seule séquence de laminage sans recuit intermédiaire, ledit laminage étant effectué à une température comprise entre la température ambiante et 200°C, avec un taux de réduction compris entre 2 et 20% ;
- et on soumet ledit produit plat laminé à un traitement de recuit dans
- 30 le domaine α ou $\alpha + \beta$ effectué entre 500 et 800°C pendant 2 minutes à 10 heures.

Les teneurs pondérales des principaux éléments d'alliage peuvent être Sn = 1,2 – 1,7% ; Fe = 0,07 – 0,20% ; Cr = 0,05 – 0,15% ; Ni = 0,03 – 0,08% ; O = 900 – 1600ppm.

5 Les teneurs pondérales des principaux éléments d'alliage peuvent être Sn = 1,2 – 1,7% ; Fe = 0,18 – 0,24% ; Cr = 0,05 – 0,15% ; O = 900 – 1600ppm.

Les teneurs pondérales des principaux éléments d'alliage peuvent être Sn = 0,5 – 2% ; Nb = 0,5 – 2% ; Fe = 0,1 – 0,5%.

10 Les teneurs pondérales des principaux éléments d'alliage peuvent être Sn = 0,5 – 2% ; Fe = 0,1 – 1% ; Cr = 0,1 – 1,2%.

Les teneurs pondérales des principaux éléments d'alliage peuvent être Nb = 1,5 – 3,5% ; Sn = 0,5 – 2%.

Le laminage suivant la trempe β est effectué de préférence avec un taux de réduction de 5 à 15%.

15 L'invention concerne également un produit plat en alliage de zirconium, caractérisé en ce qu'il est obtenu par le procédé précédent.

L'invention concerne également un élément d'un assemblage combustible pour réacteur de centrale nucléaire à eau légère, caractérisé en ce qu'il est obtenu par mise en forme d'un produit plat du type précédent.

20 Il peut consister en un boîtier de réacteur nucléaire à eau bouillante.

Il peut consister en une grille de réacteur à eau bouillante.

Il peut consister en une grille de réacteur à eau pressurisée.

Il peut consister en un tube central délimitant les chemins de circulation de l'eau.

25 Comme on l'aura compris, l'invention consiste en un procédé de fabrication d'un produit plat en alliage de zirconium adapté à l'obtention d'une structure intermédiaire partiellement recristallisée mixte, équiaxe et aciculaire, comportant une étape de laminage à froid (ou à température modérément élevée), placée entre une trempe β et un recuit effectué dans le domaine α ou le
30 domaine $\alpha + \beta$.

Dans le procédé de EP-A-0 835 330, la structure brute de trempe β est généralement une structure grossière à gros grains ex- β de 50 à 500 μ m. Ils

sont peu orientés, leur texture est très marquée, avec des pics des figures de pôles très hauts, une bonne isotropie des propriétés, et des orientations cristallines privilégiées. Il apparaît que c'est cette microstructure en gros grains ex- β à texture très marquée qui est à l'origine des difficultés de mise en forme

5 des tôles. Le recuit α ou $\alpha + \beta$ n'a aucune influence sur cette microstructure.

Les inventeurs ont imaginé qu'un arrangement des cristaux plus aléatoire et moins marqué pourrait conduire à une isotropie comparable des propriétés mécaniques, donc conserver de bonnes propriétés en termes de croissance sous irradiation, tout en s'avérant avantageux quant aux propriétés

10 mécaniques.

Ils ont obtenu une telle structure grâce au laminage à froid ou à température modérément élevée précédant le recuit α ou $\alpha + \beta$, laminage qui casse la structure aciculaire et les grains présents après la trempe β , et permet ainsi d'adoucir la texture, la rendant moins marquée, avec des pics moins hauts,

15 ~~avec une~~ isotropie des propriétés qui peut être ~~légèrement~~ plus faible, mais avec des orientations plus aléatoires. Le recuit α ou $\alpha + \beta$ qui suit génère une recristallisation qui conduit à une texture à isotropie seulement faiblement dégradée, mais avec une microstructure montrant un mélange de grains équiaxes et d'aiguilles. Cette microstructure est affinée, ce qui est favorable à la

20 déformabilité du matériau.

Il s'avère également que la rugosité du produit plat est divisée par 2, ce qui améliore les performances thermohydrauliques des produits finis, ainsi que les propriétés d'emboutissage.

Selon l'invention, le laminage à froid a lieu entre la température

25 ambiante et 200°C. Il est effectué avec un taux de réduction de 2 à 20% (de préférence entre 5 et 15%). Ce taux de réduction peut être obtenu en une ou plusieurs passes de laminage, mais en une seule séquence de laminage, c'est à dire sans recuit intermédiaire entre les différentes passes. Un ou des recuits intermédiaires gêneraient ou empêcheraient la recristallisation lors du recuit α

30 ou $\alpha + \beta$.

Le recuit effectué après le laminage à froid selon l'invention est effectué à une température de 500 à 800°C, c'est à dire soit dans le domaine α ,

soit dans le domaine $\alpha + \beta$ de l'alliage. Les températures les plus basses de cette gamme sont particulièrement adaptées au cas des alliages à teneur élevée en Nb (supérieure à 0,3% environ). La durée du recuit dépend du niveau de déformation subi par le produit lors du laminage et du type de l'installation de recuit (qui peut être continue ou statique).

L'invention sera mieux comprise à l'aide de la description qui suit, donnée en référence aux figures annexées suivantes :

- la figure 1 qui montre un exemple de structure métallurgique en lumière polarisée d'un échantillon d'alliage de zirconium après trempe β ;
- la figure 2 qui montre de la même façon cet échantillon après laminage à froid ;
- la figure 3 qui montre de la même façon cet échantillon après laminage à froid et recuit, ayant donc subi toutes les étapes du procédé selon l'invention ;
- la figure 4 qui montre des figures de pôles d'un échantillon à l'état brut de trempe β (fig. 4a), et après un laminage à froid à 16% de taux de réduction et un recuit (fig. 4b).

Pour mettre en œuvre l'invention, on commence par élaborer un produit plat en alliage de zirconium par des étapes classiques de fusion d'un lingot, généralement forgeage du lingot, laminage à chaud, le cas échéant en plusieurs passes éventuellement séparées par des traitements thermiques, généralement laminage(s) à froid et recuit(s), et enfin trempe β du matériau obtenu ; puis selon l'invention on exécute un laminage à froid et un recuit.

La composition de l'alliage peut correspondre, pour ses principaux éléments, à toutes sortes de classes d'alliages de zirconium habituellement utilisés pour fabriquer des éléments d'assemblage combustibles pour réacteurs nucléaires, en particulier des boîtiers de réacteurs à eau bouillante. Des exemples de telles classes ont été définis dans le préambule de la description. De manière générale, l'invention est applicable aux alliages de zirconium renfermant au moins 95% de zirconium. En deçà de 95%, il y a un risque élevé de ne pas obtenir les structures et les propriétés recherchées.

Pour toutes ces classes d'alliages, la trempe β a pour résultat l'obtention d'une structure aciculaire. Selon, en particulier, le niveau des impuretés présentes, cette structure peut présenter un caractère de vannerie plus ou moins marqué. Mais un tel caractère n'est pas particulièrement

5 recherché dans le procédé selon l'invention, puisque de toute façon le laminage à froid qui va suivre modifie considérablement la structure en cassant la structure aciculaire.

La figure 1 montre la microstructure d'un échantillon de Zircaloy 4 de composition Sn = 1,44% , Fe = 0,21%, Cr = 0,11%, O = 0,12%, Si = 40ppm, le
10 reste étant du Zr et les impuretés habituelles, obtenu à partir d'un lingot de 660mm de diamètre ayant subi des traitements de mise en forme classiques (forgeage à 100mm d'épaisseur, laminage à chaud à 5mm d'épaisseur, recuit et plusieurs cycles de laminage à froid-recuit, qui lui ont conféré une épaisseur de 2,50mm, ainsi qu'une trempe β effectuée par chauffage infra-rouges à une
15 température maximale de 1110°C, maintien en phase β pendant 93s et refroidissement à 2-5°C/s jusqu'à la température ambiante.

On voit que cette microstructure est typique d'un état suivant une trempe β , avec un mélange de platelets parallèles et de vannerie. Dans l'exemple représenté, on observe aussi de nombreuses macles, mais cela peut
20 provenir du processus de préparation de l'échantillon, ou du bobinage qui a suivi la trempe β .

Le figure 2 montre l'échantillon de ce même métal trempé β , après qu'il a subi un laminage à froid selon l'invention effectué à température ambiante et avec un taux de réduction de 12% en une passe. Ce laminage à froid à
25 permis de casser les aiguilles de la structure initiale et a augmenté le nombre de macles.

La figure 3 montre un échantillon de ce même métal trempé β , laminé à froid à 12% et recuit à 700°C pendant 1h (recuit α). Il y a eu recristallisation partielle et augmentation du nombre de grains équiaxes (augmentation qui est
30 d'autant plus forte que le taux de réduction est élevé), ainsi qu'une disparition des macles.

Le tableau 1 montre les facteurs de Keams FR, FT et FL mesurés à la suite d'analyses des textures des différents échantillons à l'état suivant la trempe β , suivant le laminage à froid (LAF) et suivant le recuit α :

Etat métallurgique	Taux de réduction au LAF(%)	FR	FT	FL
après trempe β	0	0.319	0.335	0.346
Après LAF	5	0.367	0.317	0.316
	8	0.415	0.315	0.27
	12	0.475	0.293	0.232
	16	0.471	0.322	0.207
Après LAF et recuit α	5	0.444	0.297	0.259
	8	0.424	0.314	0.262
	12	0.478	0.332	0.19
	16	0.499	0.317	0.184

Tableau 1

5 On constate que dans cet exemple, l'isotropie de l'échantillon, qui était quasi-parfaite après la trempe β , n'a été que relativement peu dégradée par le laminage à froid et le recuit α qui ont suivi.

10 Les figures de pôles de ces échantillons montrent quelques pôles accusés, dont deux dans le plan normal-transversal à environ 30° de la direction normale qui ne disparaissent pas quels que soient le taux de réduction du laminage à froid et les conditions de recuit. En revanche, il y a une diminution significative des pôles sur l'axe C à 90° de la direction normale dès les taux de réduction relativement faibles de 2%, et une disparition totale de ces pôles dès 5% de taux de réduction. La figure 4 montre de telles figures de pôles, obtenues

15 sur les échantillons à l'état suivant la trempe β (figure 4a) et à l'état laminé à froid avec un taux de réduction de 16% et recuit (figure 4b).

La structure des échantillons selon l'invention présente des orientations plus aléatoires que dans l'art antérieur.

Au-delà de 20% de taux de réduction, l'isotropie est trop dégradée.

20 Pour assurer une isotropie satisfaisante dans tous les cas, il est conseillé de ne pas dépasser des taux de réduction de 15%.

Du point de vue des propriétés mécaniques, on a effectué des comparaisons entre :

- un échantillon A conforme à l'art antérieur en ce que :
 - sa composition était Sn = 1,33% ; Fe = 0,16% ; Cr = 0,10% ; Ni = 0,065% ; O = 0,12%, le reste étant du Zr et les impuretés habituelles ;
 - il a subi, après une trempe β , un recuit α à 750°C pendant 3 minutes ; et
- un échantillon B élaboré par le procédé selon l'invention, en ce que :
 - sa composition était la même que celle de l'échantillon A
 - il a subi une trempe β , un laminage à froid à température ambiante avec un taux de réduction de 10%, puis un recuit α à 750°C pendant 3 minutes.

Des tests de caractérisation mécanique ont été pratiqués à température ambiante, et leurs résultats sont regroupés dans le tableau 2.

		Echantillon A (référence)	Echantillon B (invention)
Résistance à la traction (MPa)	Sens long	520,7	518,0
	Sens travers	522,3	528,3
Limite d'élasticité conventionnelle 0,2% (MPa)	Sens long	394,0	408,7
	Sens travers	411,3	445,0
Allongement à la rupture (%)	Sens long	24,0	24,3
	Sens travers	22,1	23,0
Rugosité Ra (μm)	Sens long	0,45	0,21
	Sens travers	0,46	0,19

Tableau 2

Il ressort de ces résultats que dans le cas de l'utilisation de l'invention, la résistance à la traction en sens travers augmente en même temps que l'allongement à la rupture, alors que l'on observe habituellement une

variation inverse de ces deux grandeurs. Par ailleurs, la résistance à la traction en sens long n'est pas affectée de façon réellement significative par le traitement selon l'invention.

5 L'invention a également permis une diminution de moitié de la rugosité de l'échantillon.

On note également que la capacité de pliage pour le rayon 3e n'est pas détériorée par le traitement selon l'invention.

10 Globalement, les propriétés mécaniques de produits plats (tôles ou feuillards), obtenus par le procédé selon l'invention leur confèrent une meilleure déformabilité et emboutissabilité que les produits plats de l'art antérieur. Ils sont ainsi mieux adaptés notamment à la fabrication, par différents procédés de formage, de pièces entrant dans la composition des assemblages combustibles pour réacteurs de centrales nucléaires, puisque par ailleurs, leur isotropie n'est que peu ou pas dégradée par rapport aux produits plats de l'art antérieur.

15 Une application privilégiée de l'invention est la réalisation de boîtiers pour réacteurs à eau bouillante. Les grilles et tubes centraux peuvent également avantageusement être obtenus à partir de produits plats élaborés par le procédé selon l'invention.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de fabrication d'un produit plat en alliage de zirconium, caractérisé en ce que :

- on élabore et on coule un lingot d'alliage de zirconium contenant au moins 95% en poids de zirconium, comportant les éléments d'alliage et les impuretés habituels ;
- on met en forme ledit lingot pour obtenir un produit plat ;
- on soumet ledit produit plat à une opération de trempe β , dont les conditions sont déterminées en vue de l'obtention au sein du produit plat d'une structure aciculaire à l'issue de ladite trempe β ;
- on soumet ledit produit plat, après la trempe β , à une opération de laminage effectuée en une seule séquence de laminage sans recuit intermédiaire, ledit laminage étant effectué à une température comprise entre la température ambiante et 200°C, avec un taux de réduction compris entre 2 et 20% ;
- et on soumet ledit produit plat laminé à un traitement de recuit dans le domaine α ou $\alpha + \beta$ effectué entre 500 et 800°C pendant 2 minutes à 10 heures.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ses teneurs pondérales en éléments d'alliage sont Sn = 1,2 – 1,7% ; Fe = 0,07 – 0,20% ; Cr = 0,05 – 0,15% ; Ni = 0,03 – 0,08% ; O = 900 – 1600ppm.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ses teneurs pondérales en éléments d'alliage sont Sn = 1,2 – 1,7% ; Fe = 0,18 – 0,24% ; Cr = 0,05 – 0,15% ; O = 900 – 1600ppm.

4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ses teneurs pondérales en éléments d'alliage sont Sn = 0,5 – 2% ; Nb = 0,5 – 2% ; Fe = 0,1 – 0,5% .

5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ses teneurs pondérales en éléments d'alliage sont Sn = 0,5 – 2% ; Fe = 0,1 – 1% ; Cr = 0,1 – 1,2%.

6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ses teneurs pondérales en éléments d'alliage sont Nb = 1,5 – 3,5% ; Sn = 0,5 – 2%.

7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le laminage suivant la trempe β est effectué avec un taux de réduction de 5 à 15%.

5 8. Produit plat en alliage de zirconium, caractérisée en ce qu'il est obtenu par le procédé suivant l'une des revendications 1 à 7.

9. Élément d'un assemblage combustible pour réacteur de centrale nucléaire à eau légère, caractérisé en ce qu'il est obtenu par mise en forme d'un produit plat selon la revendication 8.

10 10. Élément d'un assemblage combustible pour réacteur de centrale nucléaire selon la revendication 9, caractérisé en ce qu'il consiste en un boîtier de réacteur nucléaire à eau bouillante.

11. Élément d'un assemblage combustible pour réacteur de centrale nucléaire selon la revendication 9, caractérisé en ce qu'il consiste en une grille de réacteur à eau bouillante.

15 12. Élément d'un assemblage combustible pour réacteur de centrale nucléaire selon la revendication 9, caractérisé en ce qu'il consiste en une grille de réacteur à eau pressurisée.

20 13. Élément d'un assemblage combustible pour réacteur de centrale nucléaire selon la revendication 9, caractérisé en ce qu'il consiste en un tube central délimitant les chemins de circulation de l'eau.

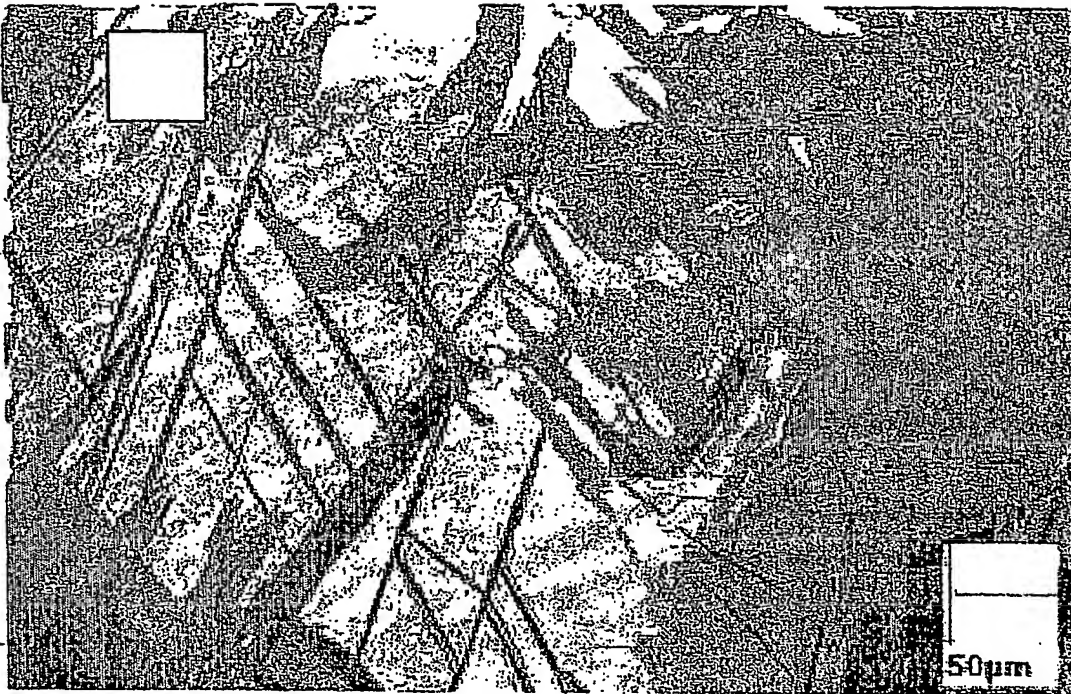


FIG.1



FIG.2

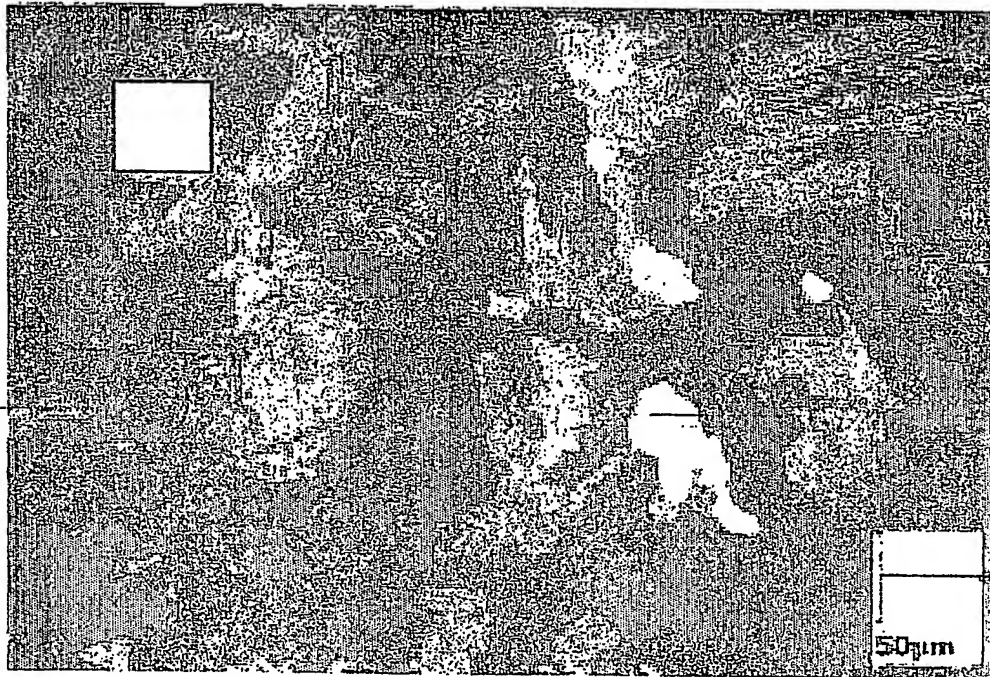


FIG.3

Figure de pôle calculée 002

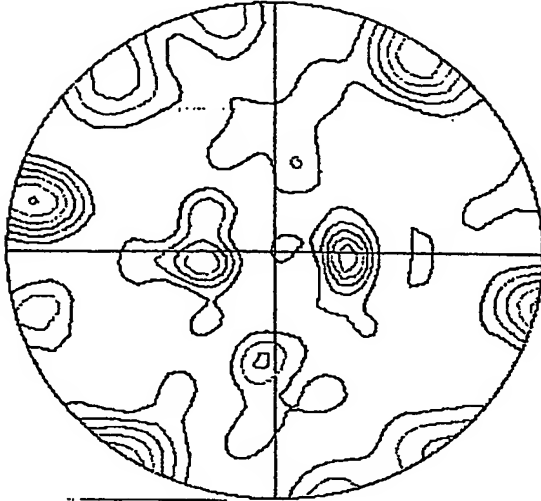


Figure de pôle calculée 100

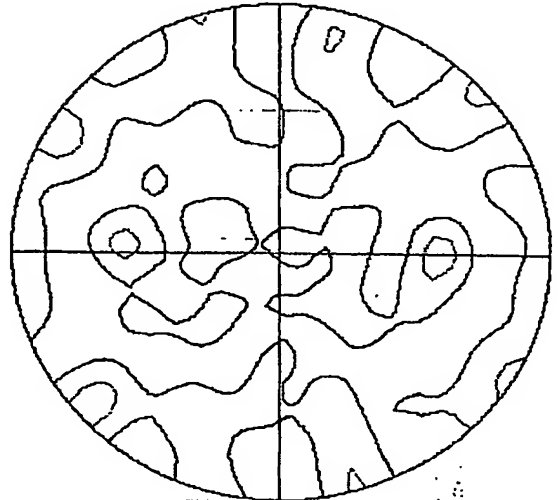


FIG.4a

Figure de pôle calculée 002

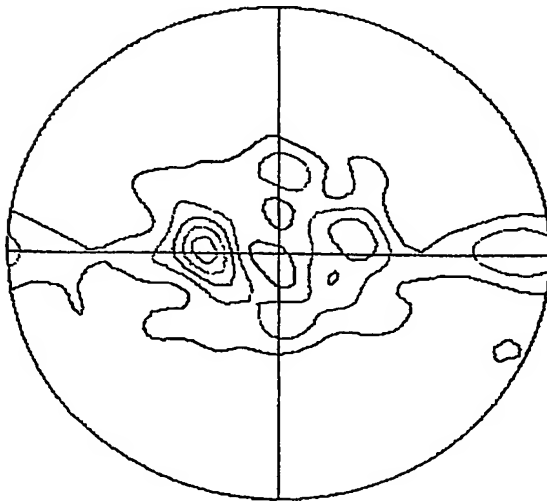


Figure de pôle calculée 100

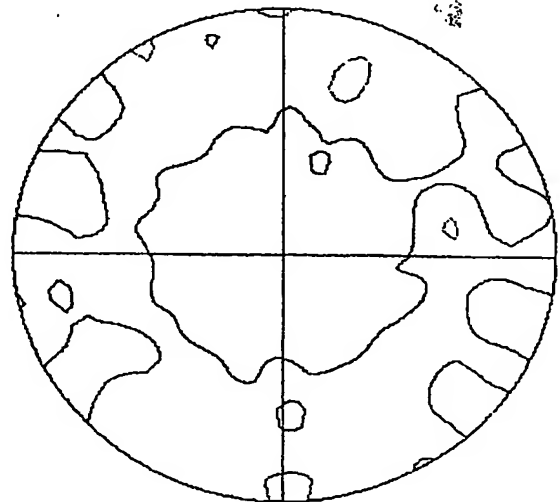


FIG.4b

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1/1

(À fournir dans le cas où les demandeurs et les inventeurs ne sont pas les mêmes personnes)



Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W / 270601

Vos références pour ce dossier (facultatif)		BFF 03D0138	
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		0309074	
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)			
<p>Procédé de fabrication d'un produit plat en alliage de zirconium, produit plat ainsi obtenu et élément d'un assemblage combustible pour réacteur de centrale nucléaire réalisé à partir de ce produit plat.</p>			
LE(S) DEMANDEUR(S) :			
COMPAGNIE EUROPEENNE DU ZIRCONIUM-CEZUS			
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :			
1 Nom		BARBERIS	
Prénoms		Pierre	
Adresse	Rue	309, Chemin des Cèdres	
	Code postal et ville	73400 UGINE FRANCE	
Société d'appartenance (facultatif)			
2 Nom		SIMONOT	
Prénoms		Claude	
Adresse	Rue	41 rue St Barthelemy	
	Code postal et ville	61300 L'AIGLE FRANCE	
Société d'appartenance (facultatif)			
3 Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez plusieurs formulaires. Indiquez en haut à droite le N° de la page suivi du nombre de pages.			
DATE ET SIGNATURE(S)		Paris, le 31 juillet 2003	
DU (DES) DEMANDEUR(S)			
OU DU MANDATAIRE			
(Nom et qualité du signataire)		B. DOMENEGO n° 00-0500	

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER: _____**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.